



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **10118557 A**(43) Date of publication of application: **12 . 05 . 98**

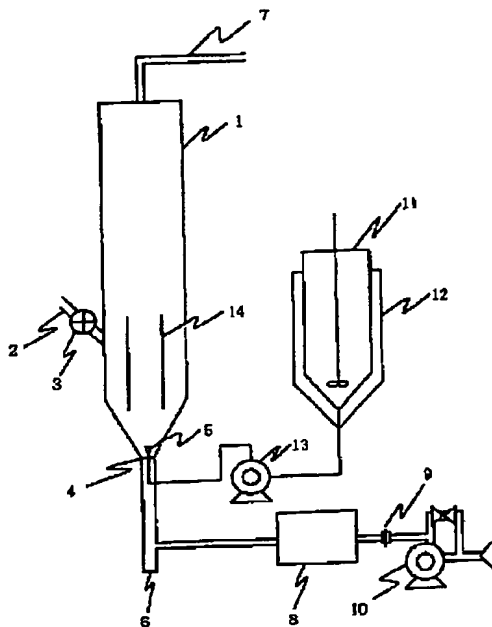
(51) Int. Cl.

B05D 1/02**B05D 7/00****C05G 3/00****C05G 5/00**(21) Application number: **08294494**(22) Date of filing: **16 . 10 . 96**(71) Applicant: **CHISSO CORP**(72) Inventor:
SATO TADAO
TAKAHASHI TAKEHIKO
TAMURA SUSUMU
ASHIHARA MICHYUKI(54) **GRANULE COATING METHOD**

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To strictly control the initial stage elution at the time of coating granule with a resin soln. by executing the coating while ejecting an inert gas at a circular part being the outside of a guide pipe at the inside of an upright cylindrical tank.

SOLUTION: A prescribed amount of the powder is charged from a feeding port 2 while sending the air kept in a prescribed air flow and temp. from a blower 10 to a jet tower 1 being the upright cylindrical tank in which a constriction is formed at a lower part through an air heater 8. Then the guide pipe 14 is provided in a vertical direction above the constriction of the jet tower 1, and a coating liq. is sent from a coating liq. feed pump 13 in a prescribed speed and for a prescribed time while injecting the inert gas from an inert gas feed pipe 15 to the circular part being the outside of the guide pipe 14, and after obtaining a prescribed coating ratio, coating granule is discharged from a coating granule discharge port 6 by stopping the blower 10. In this way, the initial stage elution at the time of coating the granule is strictly controlled.



COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-118557

(43)公開日 平成10年(1998) 5月12日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	F I
B 0 5 D 1/02		B 0 5 D 1/02 Z
7/00		7/00 K
C 0 5 G 3/00	1 0 3	C 0 5 G 3/00 1 0 3
5/00		5/00 Z

審査請求 未請求 請求項の数7 F D (全 8 頁)

(21)出願番号	特願平8-294494	(71)出願人	000002071 チッソ株式会社 大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号
(22)出願日	平成8年(1996)10月16日	(72)発明者	佐藤 忠夫 熊本県水俣市陣内2丁目7番17号
		(72)発明者	高橋 武彦 熊本県水俣市陣内2丁目11番1号
		(72)発明者	田村 進 熊本県水俣市築地8番317号
		(72)発明者	芦原 通之 熊本県水俣市築地5-213
		(74)代理人	弁理士 野中 克彦

(54)【発明の名称】 粒体の被覆方法

(57)【要約】

【課題】 樹脂溶液を用いて噴流スプレー法により粒体を被覆する方法において得られる被覆粒体の施用時における初期溶出の厳密な制御を可能にする被覆方法の提供。

【解決手段】 直立筒状噴流槽底部に気体噴出口用絞りと噴霧ノズルを、その上方にガイド管を設け、ガイド管と槽内壁で作られる環状部に不活性気体を噴出させる如くした装置を使用。

【効果】 不活性気体を噴出させない比較例に対し、実施各例で得られた被覆粒状尿素は、溶出試験における初期溶出制御能力(1/2・D1)が優れている。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 直立筒状槽の最下部に該槽内に気体を噴出させるための絞りを設け、該絞りの上方に垂直方向にガイド管を設け、該絞りの中心付近に噴霧ノズルを設けた噴流被覆装置を用い、熱可塑性樹脂を溶剤に溶解させた樹脂溶液を該ノズルから噴霧させつつ該槽内で噴流状態にある粒体の表面に被膜を形成させる被覆方法において、該槽内であって前記ガイド管の外側である環状部に不活性気体を噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする粒体の被覆方法。

【請求項2】 不活性気体を槽内側壁から噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする請求項1に記載の粒体の被覆方法。

【請求項3】 不活性気体をガイド管外壁から噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする請求項1に記載の粒体の被覆方法。

【請求項4】 不活性気体の噴出口を槽内側壁とガイド管外壁の間の空間から噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする請求項1に記載の粒体の被覆方法。

【請求項5】 不活性気体の噴出速度が用いた粒子の粒径、比重における最小流動化速度の1から70%の範囲であることを特徴とする請求項1から4のいずれかに記載の粒体の被覆方法。

【請求項6】 不活性気体の噴出速度が用いた粒子の粒径、比重における最小流動化速度の5から50%の範囲であることを特徴とする請求項1から4のいずれかに記載の粒体の被覆方法。

【請求項7】 熱可塑性樹脂が溶剤に対し熱時には溶解し冷時には析出してゼリー状となる性質を有するものである請求項1から6のいずれかに記載の粒体の被覆方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は粒体の被覆方法に関する。更に詳しくは槽内にガイド管を有する噴流被覆装置を用いた被覆方法に関する。

【0002】

【従来の技術とその問題点】噴流方式を用いた被覆方法は、例えば特公昭38-13896号に記載のように、円筒状の槽で下部を逆円錐形とし、その先端を水平方向に切断して気体噴出用の絞りとなし、該オリフィスより高速な気流体を該槽内に垂直方向に噴出せしめて、槽内の被覆すべき粒体を吹き上げ、同時に被覆液を吹き付ける被覆法である。また、特公昭38-2294号では、粒体を中央噴流部に設けた案内管を通して粒体を吹き上げ、該管内に設けた噴霧ノズルより被覆液を加える方法を開示している。これらの被覆法は何れも医薬品の被覆を対象としたもので、小規模且つ丁寧に被覆する場合には好ましい方法であるが、例えば肥料の様に安価且つ大量の被覆を行う場合には適切な方法とは言い難い。大量

の粒子を被覆するには径の大きな噴流塔を用いる必要があるが、噴流塔の径が大きくなると粒子全体が流動状態となり噴流が形成できなかった。この問題点に対し特公平2-31039号においては、噴流装置内に粒子が通過するガイド管を、オリフィス上方に垂直に設けた被覆装置であって、オリフィスから装置内に不活性気体を送入するに際し、オリフィスにおける気体の流速を20m/secから70m/secとし、ガイド管内の流速を20m/sec以下に調節して被覆を行う方法であれ

ば、噴流塔が大型化しても噴流状態が得られることを開示している。一方、近頃では特開平6-9303号、特開平6-9304号、特開平6-72805号、特開平6-80514号、特公平5-29634号、特開平4-202078号、特開平4-202079号、特開平6-87684号に開示されたような、施用後一定期間は活性成分を溶出させないか若しくは溶出が極度に抑制された期間（この期間を以後初期溶出抑制期間と称する）と、一定期間経過後速やかな溶出を行なう期間（この期間を以後溶出期間と称する）とを有するいわゆる時限溶出型溶出パターンの被膜を肥料粒子の表面に被覆した被覆粒状肥料が開示されている。これら新しい被膜組成の開発は、特開平7-147819号に示された様な、育苗箱による全量基肥施肥法と云った極度に集約された施肥・栽培法をもたらしつつある。この栽培法は栽培期間中に必要な肥料の全量若しくはその大部分を、育苗開始時に上記時限溶出型の被服肥料の形態で育苗箱に施用するものである。該肥料の溶出は育苗期間中においては極度に抑制され、育苗期間終了後（本圃に移植後）に溶出を開始するので、育苗期間中に濃度障害を起こすことなく本圃において必要な肥料分を一度に施肥することが出来る。更に、種籾から発根した根は成長と共に該肥料と接触し、ついには根で該肥料を抱えるような状態になり、生長した苗を本田に移植する際にはそのままの状態に移植される。このため根が接触している該肥料から肥料分を直接吸収することが可能となり、施肥肥料の吸収利用効率を大幅に向上させ得る可能性が出てきた。但し、このような施肥法の実現のためには、作物の初期生育期間（育苗期間）中に肥料による濃度障害を起こさないために初期溶出抑制期間の溶出を極力低く抑える必要があり、施肥直後から一定の溶出速度で溶出を開始するいわゆるリニアタイプのものに比べ、非常に厳密な溶出制御機能が求められている。しかしながら、これら従来の時限溶出型の被服肥料を大量に被覆すべく前述の噴流方式によって被覆を行った場合には、時限溶出型の溶出を示す被膜組成であっても施肥直後から相当な溶出速度で溶出を開始し、十分な溶出抑制機能が得られないと云った問題点を有していた。中にはその被膜組成によって得られる時限溶出型被覆肥料の初期溶出抑制期間内の溶出が一定ではなく、施用直後からある一定の溶出率まで急激に溶出するものも多く、前述の噴流方式で該施肥

法の使用に耐える溶出機能を得ることは極めて困難であった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】一般に時限溶出型肥料からの肥効成分の溶出パターンは、被膜内に水蒸気若しくは水分を通さない機能の層若しくは樹脂と、僅かに通過してきた水蒸気若しくは水分と反応し、膨潤による内部応力や、溶解によって被膜を破損させる材料（内部の活性物質粒子自身の場合もある）によって構成されている。よって初期溶出抑制期間の溶出を抑えるには、被膜をより緻密な膜にすることによって水蒸気若しくは水分の通過を抑える必要があった。本発明者らは公知の被膜組成で使用に耐える時限溶出被膜を得るべく、噴流法での粒体の被覆方法について鋭意研究を重ねたところ、驚くべきことに、槽の最下部に槽内に気体を噴出させるための絞りを設け、該絞りの上方に垂直方向にガイド管を設け、該絞りの中心付近に噴霧ノズルを設けた噴流被覆装置を用い、熱可塑性樹脂を溶剤に溶解させた樹脂溶液を該ノズルから噴霧させつつ粒体に被膜を形成させる被覆方法において、槽内であってガイド管の外側である環状部に不活性気体を噴出させつつ被覆を行う粒体の被覆方法に、初期溶出抑制期間中の溶出を抑える顕著な効果があることを知見して本発明を完成させた。以上の記述からも明らかなように、本発明の目的は樹脂溶液を用いて粒体を被覆する場合において、初期溶出の厳密な制御を可能ならしめる被覆方法を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は以下に記載の（１）から（７）の構成からなる。

（１）直立筒状槽の最下部に該槽内に気体を噴出させるための絞りを設け、該絞りの上方に垂直方向にガイド管を設け、該絞りの中心付近に噴霧ノズルを設けた噴流被覆装置を用い、熱可塑性樹脂を溶剤に溶解させた樹脂溶液を該ノズルから噴霧させつつ該槽内で噴流状態にある粒体の表面に被膜を形成させる被覆方法において、該槽内であって前記ガイド管の外側である環状部に不活性気体を噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする粒体の被覆方法。

【0005】（２）不活性気体を槽内側壁から噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする前記（１）に記載の粒体の被覆方法。

【0006】（３）不活性気体をガイド管外壁から噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする前記（１）に記載の粒体の被覆方法。

【0007】（４）不活性気体の噴出口を槽内側壁とガイド管外壁の間の空間から噴出させつつ被覆を行なうことを特徴とする前記（１）に記載の粒体の被覆方法。

【0008】（５）不活性気体の噴出速度が用いた粒子の粒径、比重における最小流動化速度の１から７０％の範囲であることを特徴とする前記（１）から（４）のい

ずれかに記載の粒体の被覆方法。

【0009】（６）不活性気体の噴出速度が用いた粒子の粒径、比重における最小流動化速度の５から５０％の範囲であることを特徴とする前記（１）から（４）のいずれかに記載の粒体の被覆方法。

【0010】（７）熱可塑性樹脂が溶剤に対し熱時には溶解し冷時には析出してゼリー状となる性質を有するものである前記（１）から（６）のいずれかに記載の粒体の被覆方法。

10 【0011】本発明の構成を以下に詳述する。本発明で使用する直立筒状槽は中心軸が垂直の槽である。本発明の被覆装置はこの槽の下端部に気体を噴出させるための絞りを設け、該絞りに噴流用気体送入管を接続したものであり、更に該絞りの上方に垂直方向にガイド管を設け、該絞りの中心付近に中心付近に噴霧ノズルを設けたものである。該槽の形状は特に限定するものではなく、断面の形状が円形であっても多角形のものであっても構わない。また該槽の下端は平面であっても良く、逆錐状であっても良い。しかしながら、該槽の下端が平面の場合には粒子を噴流状態にした場合、下端の一部分で粒子の循環が悪くなることから逆錐状であることが好ましく、更に粒子の循環の均一性の面から云えば、該槽の断面の形状は円形であることが望ましい。また、該槽下端の絞りにては別途種々のオリフィス板やベンチュリを挿入できるようにしたものであっても良い。

20 【0012】前記ガイド管の形状としては、パイプ、パイプに穿孔したもの或いは金網を筒状にしたもの等が挙げられる。本発明においては形状や材質は特に限定するものではないが、被覆時の被膜の損傷を最小限に抑えたい場合には、孔や突起物のない平滑なパイプを用いることが好ましい。しかしながら噴流気体の流速調節や特定の目的のために孔や突起のあるガイド管であっても、本発明の効果は認められる。この際ガイド管は該絞りの上方に垂直方向に固定若しくは懸垂される。噴霧ノズルは該絞りの中心軸となる位置であれば良く、該絞りの中心軸となる位置であっても、低い位置であっても良い。ノズルの位置、形状は噴霧液体の性状、運転条件等によって適宜決定すればよい。

30 【0013】絞り部風速は噴出気体量と絞り口径で決められるが、ガイド管内の風速も同じ手法で換算することが出来る。ガイド管と絞り部の間隔は粒体の循環を妨げない範囲で選定することが好ましい。ガイド管の口径は絞り口径の１．２から４．０倍、好ましくは１．５から３．０倍とするのがよい。本発明においては絞り部における気体の流速、及びガイド管内における気体の流速は特に限定するものではないが、品質の安定のためには絞りから装置内に不活性気体を送入する際の、絞り部における気体の流速を２０ｍ／secから７０ｍ／secとし、ガイド管内の流速を２０ｍ／sec以下に調節して被覆を行う方法が推奨される。

【0014】本発明に用いる気体は粒体及び溶剤の性質に際し不活性のものであれば良く、特に限定されるものではない。本発明においては被覆液として熱可塑性樹脂を溶剤に溶解させた樹脂溶液を用いる。熱可塑性樹脂としては、ポリオレフィン及びその共重合体とポリ塩化ビニリデン及びその共重合体が挙げられる。好ましいポリオレフィン及びその共重合体としてはポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン・プロピレン共重合体、エチレン・酢酸ビニル共重合体、エチレン・一酸化炭素共重合体、エチレン・酢酸ビニル・一酸化炭素共重合体、エチレン・アクリレート共重合体、エチレン・メタクリル酸共重合体、ゴム系樹脂、ポリスチレン、ポリメチルメタアクリレート等が挙げられ、好ましいポリ塩化ビニリデン及びその共重合体としては、ポリ塩化ビニリデン、塩化ビニリデン・塩化ビニル共重合体等が挙げられる。更に、ポリ-2-ハイドロキシ-2-アルキル酢酸、ポリ-3-ハイドロキシ-3-アルキルプロピオン酸等に代表される生分解性ポリエステルも挙げることが出来る。

【0015】これらの被覆材は有機溶剤に溶解させた状態で、噴流状態にある粒子に噴霧し被覆を行う。本発明の効果は上記樹脂の貧溶媒液を用い、瞬間乾燥によって被膜を形成する製膜法において特に有効である。上記樹脂の貧溶媒液を用いて瞬間乾燥する場合には、樹脂と有機溶剤との組み合わせにおいて、熱時には良く溶け、冷時には樹脂が析出してゼリー状となる性質を有するものがよく、この方法による被膜は特に好ましい。上記以外の被覆材としてはタルクに代表される無機フィラーや、界面活性剤等を用いることもできる。これら被覆材は溶剤に溶解・分散され、噴霧用ノズルに送られ被覆に共される。

【0016】本発明の被覆方法は樹脂溶液を用いて粒体を被覆する場合において、特に時限溶出型の溶出パターンを示す被覆粒状肥料において、その初期溶出の厳密な制御を可能にした。本発明者等はその理由を、推測の域を脱しないものの以下のように考えている。同一の被膜組成、被覆率でより初期溶出を抑制した溶出パターンを得るには、被膜の緻密性を向上させる必要がある。被膜緻密化の要因は複雑多岐にわたると考えられ一義的に特定できるわけではないが、樹脂溶液を用い溶剤の乾燥により被膜を形成させる被覆法においては、粒体に付着した樹脂溶液からの溶剤の飛散、乾燥が大きく影響すると考えられる。従来大型噴流塔を用いた被覆方法においては、溶剤の単位時間当たりの乾燥が不十分ではなかったかと考えられる。そこで本発明者らは乾燥時間の短縮のため、前述の噴流被覆装置に槽内であってガイド管の外側である環状部に不活性気体を噴出させつつ被覆を行う粒体の被覆方法を開発した。この方法であれば時限溶出型の溶出パターンにおける初期溶出抑制期間中の溶出を極僅かなものにするのが可能である。溶剤乾燥の実体においても、更に乾燥の効率化、被膜の緻密化と云う

観点から見た場合であっても、不活性気体の噴出口は固定相最上部よりも下であって、固定相の比較的上部にあることが望ましい。また、逆錐部を含む槽底部からの噴出は、噴流塔への粒子の仕込量、粒径、噴出口径等によって最小流動化速度が異なるものの、槽内側壁やガイド管外壁、槽内側壁とガイド管外壁との間の空間からの噴出に比べ固定相の流動化を生じやすく、流動状態が生じると噴流の維持が困難になる。特に樹脂溶液の粘度が高く、固定相に落下時の残留溶剤が多い場合には、固定相への不活性気体の必要噴出量が大きくなることから、粘度の高い樹脂溶液を用いる場合には、槽内側壁、ガイド管外壁、槽内側壁とガイド管外壁との間の空間の少なくとも1ヶ所以上から不活性気体を噴出させることが望ましい。

【0017】噴出気体の移送は槽内側壁やガイド管外壁、槽底部等においてはジャケットを用いても良く、通気管で行っても良い。槽内側壁とガイド管外壁との間の場合には通気管を用いる。但し、槽内に通気管を設置する際には、通気管が固定相における粒子の降下を妨げない様にすべきである。該環状部における不活性気体の風速、温度、噴出口数などの条件は特に限定するものではない。風速は槽内に投入する粒体の比重、粒径、被覆液粘度（濃度）、溶剤の蒸発潜熱、被覆液供給量等によって決定され、実施者が適宜選択すべきものであるが、一般的には用いる粒子のその粒径、比重に於ける最小流動化速度の70%以下であることが好ましい。不活性気体の噴出口の位置にもよるが、特に槽底部のような比較的低い位置に噴出口がある場合には固定相が流動化しやすく、流動化しないまでも固定相内における粒子の降下が困難になり、粒子の循環が不十分となり品質のばらつきが大きくなるため、不活性気体の噴出速度は最小流動化速度の50%以下であることが望ましい。また、不活性気体の風速が小さすぎても初期溶出抑制期間中の溶出抑制効果、及び溶出のばらつきが悪化する傾向が見られる。この点から不活性気体の風速は最小流動化速度の1%以上であることが好ましく、更に好ましくは5%以上である。また、該気体の温度は噴流部の温度同様、樹脂や粒体の物性や形状の変化をもたらさない程度の温度に留めることが望ましい。更に、噴出口数は固定相における乾燥の均一化の観点から多い方が望ましい。

【0018】通常、非常に薄い樹脂溶液で被覆すれば噴流と同時に瞬時に乾燥し、良好な溶出特性の被膜が得られるものの、生産効率は低く経済的ではない。濃くすれば生産効率は向上するが溶剤が蒸発しにくくなり、十分な機能の被膜が得られなかった。本発明においては比較的濃度の高い樹脂溶液であっても実用上十分な初期溶出抑制機能が得られる。本発明の被覆方法は樹脂溶液の粘度が5 c. p. 以上となるような濃度の場合に優れた効果を認めることが出来る。更に樹脂溶液の粘度が7 c. p. 以上となるような場合には顕著である。しかしなが

ら、樹脂溶液の粘度が40 c. p. を越えるような濃度の場合においては、本発明の被覆方法を用いても固定相における乾燥は十分とは云えなくなるため、樹脂溶液の濃度は粘度が40 c. p. 以下、更に好ましくは35 c. p. 以下となる範囲であることが望ましい。但し、本発明で規定する粘度は噴流状態の粒子に噴霧する直前の状態の樹脂溶液温度において、B型粘度計により測定して求めた値である。

【0019】本発明において槽内であってガイド管の外側である環状部であれば、特に不活性気体の噴出口の設置場所を限定するものではないが、設置場所を例示すれば槽内側壁、槽底部（逆錐部も含む）、ガイド管外壁、槽内側壁とガイド管外壁との間の空間に設定することが出来る。

【0020】本発明の被覆装置において用いる粒子は特に限定されるものではないが、本発明の被覆装置による被覆は、粒子に含まれる活性成分が溶出速度を調節する必要性のあるものに対して特に有効である。活性成分とは具体的には、尿素、硫安、塩安、硝安、塩化加里、硫酸加里、硝酸加里、硝酸ソーダ、磷酸アンモニア、磷酸加里、磷酸石灰、キレート鉄、酸化鉄、塩化鉄、ホウ酸、ホウ砂、硫酸マンガン、塩化マンガン、硫酸亜鉛、硫酸銅、モリブデン酸ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム、OMUP（クロチリデンジウレア）、IBDU（イソブチリデンジウレア）やオキザマイド等の肥料、殺虫剤、殺菌剤、除草剤等の農薬等が挙げられるが、これらに限定するものではない。粒子は活性成分の1種以上の粒状物であっても良く、更には活性成分の1種以上とベントナイト、ゼオライト、タルク、クレー、ケイソウ土等の不活性担体からなる粒状物であっても良い。更には前述の活性成分粒子を樹脂や無機物で被覆したものであっても構わない。

【0021】

【発明の効果】本発明は槽の最下部に、槽内に気体を噴出させるための絞りを設け、該絞りの上方に垂直方向にガイド管を設け、該絞りの中心付近に噴霧ノズルを設けた噴流被覆装置を用い、熱可塑性樹脂を溶剤に溶解させた樹脂溶液を該ノズルから噴霧させつつ粒体に被膜を形成させる被覆方法において、槽内であってガイド管の外側である環状部に不活性気体を噴出させつつ被覆を行う粒体の被覆方法である。本発明は樹脂溶液を用いて粒体を被覆する場合において、被覆された粒体について初期溶出の厳密な制御を可能ならしめる効果を有する。特に時限溶出型の溶出パターンにおける初期溶出抑制期間の溶出抑制に顕著である。

【0022】

【実施例】

1. 被覆装置

被覆液組成

ポリエチレン（低密度ポリエチレン、 $d=0.918$, $MI=22$ ）

* 本発明の比較例であり、実施例の基本構造たる被覆装置を図1に示した。図1において1は噴流塔、2は被覆される粒体の投入口、3は粒体投入口バルブ、4は噴流空気噴出用のオリフィス、5は噴霧ノズル、6は被覆粒体の抜き出し口、7は噴流及び乾燥に用いた空気の排出管、8は空気加熱器、9は流量計、10はブロアー、11は被覆液調整槽、12は蒸気加熱用ジャケット、13は被覆液供給ポンプ、14はガイド管である。塔径は450 mm、ガイド管径は120 mmである。図2から図7に本発明に使用される被覆装置を例示した。これらの図において15は乾燥用の不活性気体送入管であり、16は不活性気体噴出口である。図2、3及び4A、5Aは被覆装置の絞り部及びガイド管周辺のみを記載した。その周辺部は図1と同様である。図4Bは図4Aの水平断面図であり、図5Bは図5Aの水平断面図であり、図6、7は図2、3、4A、4B、5A、5Bとは別個の噴流塔の粒体投入口下部の水平断面図である。図2は槽内側壁に噴出口を設けたものであり、図3は槽底部の逆錐部に噴出口を設けたものである。図4A及び4Bはガイド管を中空構造とし、その外壁に噴出口を設けたものである。図5A及び5Bは槽内側壁とガイド管外壁との間に環状の通気管を設けたものである。図においては上下に2本、水平方向に1本であるが、この本数や位置関係は噴出量や能力との関係で適宜選択できる。但し、通気管の存在が固定相粒子の移動を妨げるものであってはならない。図6はガイド管を中空構造とし、更に該ガイド管から外方向に放射状に噴出管を延ばしたものであり、本発明に用いる被覆装置はこのような構造のものであっても良い。更に、本発明においては図5Bにおいて示した装置と、図6において示した装置とを合わせた図7の様な構造の噴出管を有するものであっても構わない。本発明の実施例には図5A、5Bに示した被覆装置を用いた。

【0023】2. 本発明の実施例及び比較例サンプルの試作

被覆操作はブロアー10より所定の風量と温度に保持した空気を噴流塔に送りながら所定量の粒体を投入する。次いで塔内の粒体が所定の温度に達したら、被覆液供給ポンプより樹脂溶液（被覆液）を所定の速度で所定時間送り、所定の被覆率とした後ブロアー10を止めて被覆粒体抜き出し口6より被覆粒体を抜き出す。但し、実施例においては75±2℃に加温された空気を表1に示した流量を維持しつつ、運転開始から終了時まで乾燥用不活性気体送入管15を通して不活性気体噴出口16より噴出させ続けた。被膜組成は下記の通りである。溶液の濃度は表1に表示の粘度になるようにB型粘度計を用い調整した。但し粘度は下記被膜組成を下記供試溶剤に100±2℃にて溶解時の粘度を測定した。

*

9重量部

9
小麦粉（薄力粉 200 mesh pass）
タルク（平均粒径10 μ m）
トルエン

10
1 "
10 "
400 "

【0024】本製造例では下記の基本条件を維持しつつ所定の被覆率が10wt%に達するまで被覆を行なった。尚、被覆の操作を20回反復し溶出のばらつきの確認に供した。

一流体ノズル：開口0.8mmフルコン型

熱風量：450Nm³/h

熱風温度：100 \pm 2 $^{\circ}$ C

樹脂溶液温度：100 \pm 2 $^{\circ}$ C

肥料：尿素（粒状）

粒径及び比重：2.7mm、1.3g/cc

肥料投入量：40kg

供試溶剤：トルエン

噴流部の粒子温度：70 \pm 3 $^{\circ}$ C

*被覆液はポンプ5より送られてノズルに至るが、80 $^{\circ}$ C以下に温度が低下しないように配管を二重管にして蒸気を流しておく。

【0025】3. 試作被覆肥料サンプルの溶出試験

試作した本発明の被覆肥料サンプルそれぞれ10gを200ml水中に浸漬して25 $^{\circ}$ Cに静置する。所定期間後肥料と水に分け、水中に溶出した尿素有定量分析により求める。肥料には新水を200ml入れて再び25 $^{\circ}$ Cに静置、所定期間後同様な分析を行なう。この様な操作を反復して水中に溶出した尿素有溶出累計と日数の関係をグラフ化して溶出速度曲線を作成し、80%溶出率に至る日数を知ることが出来る。表1に溶出試験の結果を示す。浸漬開始から10%溶出に至るまでの日数を初期溶出抑制期間とし、表1において「D1」と表記した。それ以降80%溶出に至るまでの日数を溶出期間とし「D2」と表記した。更に、初期溶出期間中の溶出抑制能力の比較のため、初期溶出抑制期間の中間に当たる時点での溶出率を「1/2 \cdot D1」と表記した。「D1」「D2」「1/2 \cdot D1」はそれぞれ20回反復して作成したサンプルにつき溶出試験を行い、その平均値（ \bar{x} ）と変動係数（ σ/\bar{x} ）を記載した。

【0026】比較例の試験区においては樹脂溶液の粘度が高くなるに従い、溶出期間（D1、D2）が短くなり、初期溶出抑制期間中の溶出抑制能力の指標である1*40

* / 2 \cdot D1が大きくなる傾向にあった。これは樹脂溶液の粘度アップに伴い被膜の緻密性が低下していることによると考えられる。これに対し本発明の実施例区においては比較例区に比べ溶出期間（D1、D2）が長くなる傾向にあり、特に1/2 \cdot D1が小さくなっていることから、本発明の被覆方法によれば高度の初期溶出抑制機能を有する被膜の被覆が可能であることは明らかである。但し、実施例1の試験区においては、不活性気体の風速が最小流動化速度（本実施例に用いた尿素粒子の場合1.06m/s）とほぼ同じ風速であったため、その溶出結果においてばらつきが大きかった。不活性気体の風速はばらつきを小さくすると云う観点からは、実施例2の試験区の結果からも明らかのように最小流動化速度の70%以下であることが望ましい。また、不活性気体の風速が小さすぎても初期溶出抑制期間中の溶出抑制効果、及び溶出のばらつきが悪化する傾向が見られることから、不活性気体の風速は最小流動化速度の1%以上、更には5%以上であることが好ましい。樹脂溶液粘度が40c.p.の実施例10においては溶出期間（D1、D2）が短くなる傾向にあるものの、比較例に比べれば初期溶出抑制期間中の溶出抑制能力（1/2 \cdot D1）は改善されている。しかしながら実施例10は特に溶出機能がその他の実施例区に比べ劣ることから、本発明の粒体の被覆方法において用いる樹脂溶液の粘度は、40c.p.以下であることが望ましい。この溶出試験の結果からも、本発明の被覆方法を用いて粒体の被覆を行なうことにより、初期溶出の厳密な制御が可能であることが明らかになった。本発明の被覆方法により製造された時限溶出型の被覆粒状肥料においては、初期溶出抑制期間の溶出も極めて良好な抑制レベルが達成されており、特開平7-147819号の開示の育苗箱による全量基肥施肥法に該肥料を用いた場合の、初期生育期間における肥料による濃度障害発生の可能性が大幅に軽減された。

【0027】

【表1】

No.	不活性気体風速 ^{*1}	溶液粘度 ^{*2}	D1 ^{*3}		D2 ^{*4}		1/2・D1 ^{*5}	
			χ	σ/χ	χ	σ/χ	χ	σ/χ
比較例1	—	5	36	0.25	65	0.24	4.0	0.24
比較例2	—	7	34	0.30	63	0.26	4.5	0.27
比較例3	—	25	31	0.46	60	0.45	6.7	0.45
実施例1	1.0	25	35	0.45	64	0.42	3.8	0.46
実施例2	0.7	25	41	0.21	69	0.18	1.9	0.20
実施例3	0.5	25	41	0.19	70	0.18	1.6	0.18
実施例4	0.1	25	42	0.20	72	0.19	2.1	0.20
実施例5	0.05	25	39	0.21	68	0.22	2.2	0.22
実施例6	0.01	25	36	0.29	65	0.27	3.0	0.29
実施例7	0.5	5	42	0.20	70	0.16	1.4	0.19
実施例8	0.5	7	41	0.20	68	0.18	1.5	0.20
実施例9	0.5	35	37	0.25	66	0.23	2.9	0.25
実施例10	0.5	40	30	0.35	62	0.33	3.8	0.33

【単位】 *1 : m/s

*2 : c. p.

*3 (χ) : 日

*4 (χ) : 日

*5 (χ) : %

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の方法に使用する被覆装置の工程説明図である。

【図2】本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。

【図3】本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。

【図4】A 本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。

B 図4Aの水平断面図である。

【図5】A 本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。

B 図5Aの水平断面図である。

【図6】本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。（ガイド管中空構造）

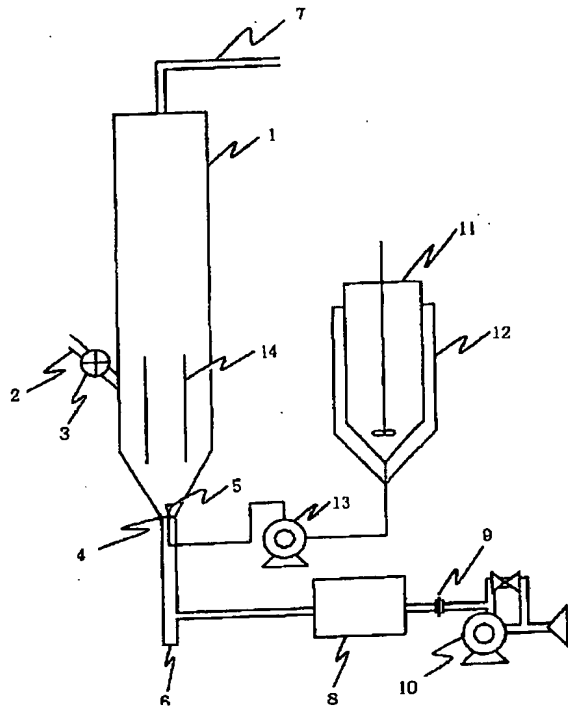
【図7】本発明の方法に使用する被覆装置の絞り部の説明図である。（特定の噴出管構造）

* 【符号の説明】

- 1 噴流塔
- 2 粒体投入口
- 3 粒体投入口バルブ
- 4 空気噴出用オリフィス
- 5 噴霧ノズル
- 6 被覆粒体抜き出し口
- 7 空気排出管
- 8 空気加熱器
- 9 流量計
- 10 プロアー
- 11 被覆液調整槽
- 12 蒸気加熱用ジャケット
- 13 被覆液供給ポンプ
- 14 ガイド管
- 15 不活性気体送入管
- 16 不活性気体噴出口

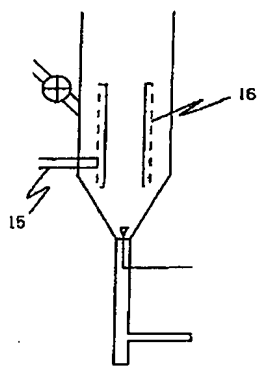
*

【図1】

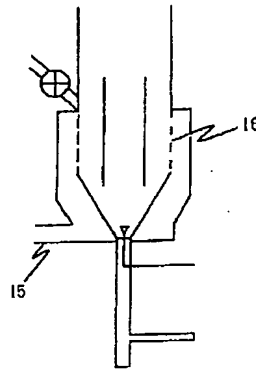


【図4】

A

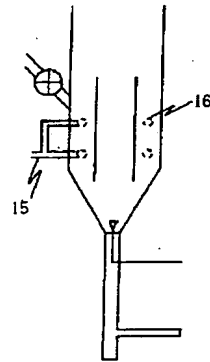


【図2】

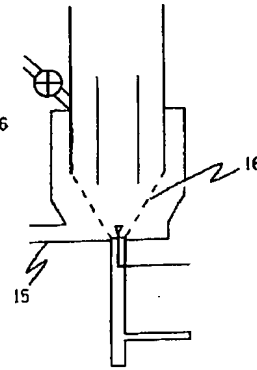


【図5】

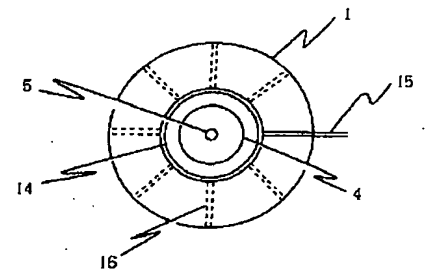
A



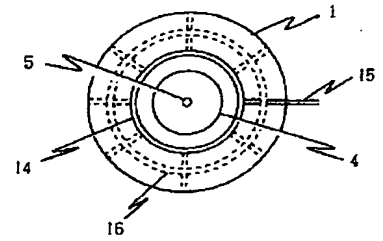
【図3】



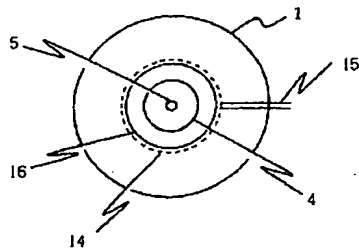
【図6】



【図7】



B



B

